

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS FÍSICAS E MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO

ELISÂNGELA VALENGA

**RELATÓRIO DE ATIVIDADES DESENVOLVIDAS
NO LABORATÓRIO DE CONTROLE DE
QUALIDADE FÍSICO-QUÍMICO NA INDÚSTRIA
NUTRIMENTAL S/A**

FLORIANÓPOLIS

2004

ELISÂNGELA VALENGA

**RELATÓRIO DE ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO
LABORATÓRIO DE CONTROLE DE QUALIDADE
FÍSICO-QUÍMICO NA INDÚSTRIA NUTRIMENTAL S/A**

Relatório de Estágio apresentado à
Coordenação de Estágio Supervisionado do
Curso de Química, Habilitação Bacharelado
da Universidade Federal de Santa Catarina,
como requisito para a conclusão da
disciplina, na área de química.

Orientação da UFSC: Prof^a Iolanda da Cruz
Vieira.

Supervisora da Nutrimental S/A: Cristiane
Foltran.

FLORIANÓPOLIS

2004

ELISÂNGELA VALENGA

**RELATÓRIO DE ATIVIDADES DESENVOLVIDAS NO
LABORATÓRIO DE CONTROLE DE QUALIDADE FÍSICO-
QUÍMICO NA INDÚSTRIA NUTRIMENTAL S/A**

Relatório de Estágio apresentado à Coordenação de Estágio do Curso de Química, Habilitação Bacharelado da Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para a conclusão da disciplina, na área de química.

Entregue em 25 de junho de 2004.

COMISSÃO AVALIADORA

**Universidade Federal de Santa Catarina
Avaliador**

FLORIANÓPOLIS

2004

AGRADECIMENTOS

A Deus, por iluminar meus caminhos.

Aos meus pais, aos meus irmãos e ao meu amor Emanuel.

À Diretoria da empresa Nutrimental S/A e a supervisora do estágio, Cristiane Foltran, por terem possibilitado a realização deste trabalho.

Ao Departamento de Química da UFSC.

Aos colegas do laboratório físico-químico da Nutrimental, em especial Angela, Cassiana e Vanessa, sempre prontas a me esclarecer dúvidas e apoiar.

Aos colegas do curso, em especial as amigas Fernanda, Karen, Kerstin e Ledilege, pela amizade sincera em todos os momentos.

FLORIANÓPOLIS

2004

SUMÁRIO

SUMÁRIO.....	4
LISTA DE TABELAS.....	7
1 INTRODUÇÃO.....	8
2. HISTÓRICO DA EMPRESA.....	9
2.1 APRESENTAÇÃO DA EMPRESA.....	10
2.2 VALORES ADOTADOS PELA EMPRESA.....	11
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	12
3.1 CONTROLE DA QUALIDADE.....	12
3.1.1 Laboratório físico-químico.....	13
3.1.2 Laboratório de microbiologia e microscopia.....	13
3.1.3 Laboratório sensorial.....	14
3.2 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICO REALIZADAS.....	14
3.2.1 Umidade.....	14
3.2.1.1 Aplicação.....	14
3.2.2 Atividade de Água.....	15
3.2.2.1 Aplicação.....	16
3.2.3 Cinzas.....	16
3.2.3.1 Aplicação.....	16
3.2.4 Granulometria.....	17
3.2.4.1 Aplicação.....	17
3.2.5 Densidade.....	17
3.2.5.1 Aplicação.....	17
3.2.6 pH.....	17
3.2.6.1 Aplicação.....	18
3.2.7 Molhabilidade.....	18
3.2.7.1 Aplicação.....	18
3.2.8 Fibra bruta.....	19

3.2.8.1 Aplicação.....	19
3.2.9 Acidez em ácido láctico.....	19
3.2.9.1 Aplicação.....	20
3.2.10 Classificação.....	20
3.2.10.1 Aplicação.....	20
3.3 ELABORAÇÃO DO MANUAL DE PROCEDIMENTOS DE PREPARO DE SOLUÇÕES USADAS NO LABORATÓRIO FÍSICO- QUÍMICO.....	20
3.3.1 Procedimentos: vantagens de sua utilização.....	20
4. MATERIAIS E MÉTODOS	
4.1 VIDRARIAS,EQUIPAMENTOS E REAGENTES.....	21
4.1.1 Umidade.....	21
4.1.2 Atividade de água.....	21
4.1.3 Cinzas.....	21
4.1.4 Granulometria.....	21
4.1.5 Densidade.....	21
4.1.6 pH.....	22
4.1.7 Molhabilidade.....	22
4.1.8 Fibra bruta.....	22
4.1.9 Acidez em ácido láctico.....	22
4.1.10 Classificação.....	22
4.2 MÉTODOS.....	23
4.2.1 Umidade.....	23
4.2.2 Atividade de água.....	25
4.2.3 Cinzas.....	26
4.2.4 Granulometria.....	27
4.2.5 Densidade.....	28
4.2.6 pH.....	29
4.2.7 Molhabilidade.....	29
4.2.8 Fibra bruta.....	30
4.2.9 Acidez em ácido láctico.....	32

4.2.10 Classificação.....	33
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	34
6. CONCLUSÃO.....	43
REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	44
ANEXOS.....	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 01: Tabela de limites toleráveis do primeiro teste para a determinação de umidade da cebolinha desidratada - (5g/100°C/3,5min).....	36
Tabela 02: Tabela de limites toleráveis do segundo teste para a determinação de umidade da cebolinha desidratada – (5g/100°C/3,5min).....	36
Tabela 03: Curva da umidade do arroz desidratado – (5g/130°C/5,5min).....	37
Tabela 04: Confirmação do tempo adequado com a amostra 01 para a curva do arroz desidratado com temperatura de 145°C	38
Tabela 05: Curva da umidade do arroz desidratado - (5g/145°C/4,2min).....	38

1 INTRODUÇÃO

O presente relatório de conclusão de curso faz parte da disciplina Estágio Supervisionado (QMC 5510) do curso de Química habilitação Bacharelado da Universidade Federal de Santa Catarina.

A realização do Estágio na Nutrimental S.A. Indústria e Comércio de Alimentos, situada em São José dos Pinhais, Estado do Paraná, no período de 22/03/04 a 26/06/04, teve por objetivo:

- Complementar a formação curricular.
- Sedimentar os conhecimentos adquiridos nas disciplinas através de um contato direto com a realidade profissional.
- Vivenciar os problemas afetos à indústria, permitindo assim uma visão geral do sistema técnico profissional.

Este estágio foi dedicado exclusivamente às atividades desenvolvidas no laboratório de Controle de Qualidade Físico-Químico da empresa, envolvendo:

- 1) Análises bromatológicas das matérias primas, de produtos semi-elaborados e de produtos acabados, tais como: determinação de umidade através do uso de estufa, determinação de umidade através de secagem por irradiação infravermelha, atividade de água, cinzas, granulometria, densidade, pH, molhabilidade, fibra bruta, acidez do ácido láctico, classificação.
- 2) Elaboração de um manual contendo procedimentos de preparo de soluções usadas no laboratório Físico-Químico da empresa.

2 HISTÓRICO DA EMPRESA

A Empresa Nutrimental foi fundada em junho de 1968, através de um projeto de três alunos da Universidade Federal do Paraná, juntamente com o departamento de Tecnologia de Alimentos desta instituição, para desenvolver uma indústria de desidratação de batatas em flocos, que pela adição de componentes líquidos teria múltiplas aplicações culinárias.

Inicialmente os equipamentos produziam flocos secos de feijão, produzindo então o primeiro feijão pré-cozido desidratado do país. O fornecimento de 40 toneladas de sopa de feijão pré-cozido para o programa de merenda escolar do estado do Paraná viabilizou a Nutrimental como empresa, e a partir desse primeiro fornecimento e do sucesso obtido, a empresa consolidou-se como fornecedora de produtos para programas de alimentação.

Em 1974 o atendimento se estendeu às Forças Armadas, a alguns restaurantes industriais e hospitais, fato que mais tarde daria origem à divisão “*Food Service*” da empresa.

Posteriormente foi iniciado o desenvolvimento e a fabricação de PTS (Proteína Texturizada de Soja), produto pioneiro no país, produzido para o uso na formulação da merenda, em substituição à carne, que se deteriorava com muita facilidade. A PTS proporcionou uma nova vantagem competitiva para a Nutrimental.

As operações comerciais foram revistas com o propósito firme de diversificar os mercados de atuação: o mercado de grandes consumidores, representado na época, principalmente, pelos refeitórios industriais e o mercado industrial, com a comercialização de matérias-primas desidratadas – vegetais diversos e PTS.

A partir da segunda metade dos anos 80 a empresa atingiu sua capacidade produtiva máxima, sendo responsável por 30 % do mercado nacional de merenda escolar. Confiando na qualidade de seus produtos e no talento de seus colaboradores a empresa aceitou o desafio e desenvolveu toda a linha de alimentos para Amyr Klink, que num barco a remo fez a travessia solitária do Atlântico, situando a empresa em posição de elevado conhecimento do seu padrão tecnológico.

Em 1992, a Nutrimental lançou o “Chonk”, a primeira barra de cereais fabricada no Brasil. Sua criação foi o primeiro projeto brasileiro de desenvolvimento sustentável utilizando produtos da Amazônia e fazia reverter parte dos lucros para a comunidade da região. Em 1994 houve um reposicionamento do “Chonk” com novo nome – “Nutry” - e a propaganda buscava atingir um consumidor preocupado com a saúde.

O “Nutry” reafirmou a posição da Nutrimental, pela inovação tecnológica, pela sensibilidade mercadológica, pelo conceito do produto e pela ousadia de investir num momento de crise, quando a grande maioria das empresas optou pela retração de seus investimentos.¹

2.1 APRESENTAÇÃO DA EMPRESA

A Nutrimental processa mais de 250 produtos diferentes, todos alcançados através de tecnologia desenvolvida na própria empresa. Tais produtos são distribuídos entre os chamados mercados:

- Mercado Institucional: que por seu pioneirismo e contínuo desenvolvimento de produtos nutricionais tornou-se o líder de atendimento dos programas assistenciais de governos estaduais, prefeituras, escolas e órgãos públicos. Sopas, bebidas lácteas, vitaminas, doces e diversos produtos são especialmente elaborados e enriquecidos para o atendimento a programas de alimentação nas áreas de saúde, assistência social e principalmente merenda escolar.
- Mercado *Food Service*: inclui hotéis, hospitais, cozinhas industriais, restaurantes comerciais, Forças Armadas, confeitarias, panificadoras e lanchonetes, com uma linha de preparações culinárias, bebidas e sobremesas de qualidade.
- Mercado Industrial (*Food Ingredients*): é aquele pelo qual o Grupo Nutrimental fornece insumos para as indústrias alimentícias, destacando a

produção e comercialização de frutas e vegetais desidratados. Neste segmento de mercado, entre os principais clientes encontram-se empresas líderes como Unilever, Perdigão, Sadia, Nestlé, Nutrela, além de outras.

- Mercado Consumidor: conta com uma linha completa e diferenciada de produtos como refrescos, cereais em barra, cereais matinais, *cookies*, sopas, farinhas modificadas e linha *tetra pak*.

2.2 VALORES ADOTADOS PELA EMPRESA

A Empresa prega valores para serem praticados pelos colaboradores, os quais são:

- Horizontalidade: significa abertura de idéias, liberdade com responsabilidades, de acordo com as habilidades de cada um. Para tanto, parte do princípio de que todas as pessoas da organização são partes relevantes do processo de tomada de decisão. Trabalha, portanto, com estruturas e exige reeducação, visão de equipe e delegação.
- Aprendizado Contínuo: possibilita a realização, o desenvolvimento humano e a capacitação contínua para mudança.
- Inovação: Atende às necessidades de evolução, exige criatividade, que aflora naturalmente quando há um clima de confiança, liberdade para manifestações individuais grupais.
- Integridade: promove coerência e ética, gera condições para que os demais valores possam se desenvolver.¹

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 CONTROLE DE QUALIDADE

É o sistema de inspeção, análises e autuações, aplicados a uma operação de fabricação, ou ao conjunto de todas as etapas de elaboração do alimento.

Estes sistemas são realizados de maneira que, estudando uma pequena porção do produto, (através de amostragem é possível abranger 100% do lote), se possa estimar sua qualidade completa ou determinar as alterações que devem ser realizadas nas diferentes etapas de elaboração do alimento, para alcançar e manter o nível de qualidade requerido pelo consumidor.⁶

A área de qualidade da Nutrimental é dividida em Controle da Qualidade e Garantia da Qualidade.

O Controle de Qualidade se divide em laboratórios: Físico-químico, Microbiológico e Microscópico e Sensorial, com as seguintes funções:

- Monitorar o recebimento de matérias-primas e produtos acabados;
- Acompanhamento da fabricação de produtos e dos processos;
- Elaboração de análises e laudos, incluindo laudos de não conformidades a fornecedores ou de descarte de produtos não-conforme;
- Armazenagem de contra-provas;

Já a Garantia da Qualidade possui as funções:

- Atendimento de atividades de qualidades ligadas a clientes, fornecedores e órgãos oficiais;
- Efetuar auditorias internas, em fornecedores de matérias e embalagens;
- Implementar e monitorar sistemas de qualidade, tais como Boas Práticas de Fabricação (BPF) e Análises de Perigos e Pontos Críticos de Controle (APPCC).
- Elaborar especificações técnicas de matérias-primas e produtos acabados.

- Elaborar documentos para controle de processo.

3.1.1 Laboratório Físico-Químico

A investigação dos padrões de qualidade dos alimentos e suas matérias-primas, compreendem não somente a determinação de seus principais componentes, tais como lipídeos, proteínas, carboidratos, mas a determinação de propriedades gerais. Trata-se de parâmetros globais de componentes majoritários e minoritários que se determinam de maneira sensíveis e específicas por métodos físico-químicos e que se utilizam para a avaliação e caracterização dos distintos produtos. Dentro destas determinações gerais, encontram-se métodos básicos como a determinação da densidade, conteúdo de água, matéria inorgânica, acidez, entre outros.

No laboratório Físico-químico da Nutrimental são realizadas as análises bromatológicas para a garantia da qualidade das matérias-primas, produtos semi-elaborados e os produtos acabados, ou seja, a determinação da composição nutricional dos alimentos: proteínas, lipídeos, fibra alimentar, umidade, cinzas, carboidrato e valor calórico total entre outras, sendo que as especificações variam de alimento para alimento.

Neste laboratório também é feita a análise das embalagens utilizadas para acondicionar os produtos finais. Essas embalagens são constituídos por um certo número de componentes essenciais que irão garantir a inocuidade dos alimentos nestes embalados para o consumo humano.

3.1.2 Laboratório de Microbiologia e Microscopia

No laboratório de microscopia é feita a análise de adulterações, matérias estranhas, sujidades e impurezas em alimentos visando assegurar a qualidade das matérias-primas e produtos acabados em relação às condições higiênico-sanitárias empregadas no processo de fabricação e no armazenamento.

Através das análises microbiológicas podemos determinar a qualidade da conservação de matérias-primas e produtos acabados.

3.1.3 Laboratório Sensorial

As indústrias de alimentos têm como evidência máxima, a qualidade sensorial dos produtos.

A análise sensorial é usada para analisar e interpretar reações que as características organolépticas dos alimentos e dos materiais provocam e como são percebidas pelos órgãos dos sentidos, como a visão, olfação, tato, audição e paladar.

A avaliação sensorial fornece suporte técnico para pesquisa, industrialização, *marketing* e controle de qualidade.

3.2 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS REALIZADAS

3.2.1 Umidade

Pelo fato da água ser uma substância abundante na natureza, ser parte de todos os alimentos de origem vegetal e animal, por ter características especiais, estar vinculada a vários processos de degradação do produto, incluído degradação microbiológica, e por ser considerada como o adulterante universal dos alimentos, a determinação de água é de grande importância.

A água existe na natureza, em duas formas, ligada e livre. A primeira faz parte da constituição molecular, enquanto a segunda é a grande responsável pela maioria das reações bioquímicas que ocorrem nos alimentos e também responsável pela consistência dos mesmos.

Umidade corresponde à perda em peso sofrida pelo produto quando aquecida sob condições específicas.³

A umidade de um alimento está relacionada com sua estabilidade, qualidade e composição e pode afetar os seguintes itens:

- Estocagem: alimentos estocados com alto teor de umidade irão deteriorar mais rapidamente que similares acondicionados em baixos teores de umidade.

- Embalagem: alguns tipos de deterioração podem ocorrer em determinadas embalagens se o alimento apresentar uma umidade excessiva.
- Processamento: a quantidade de água é importante no processamento de vários produtos.

3.2.1.1 Aplicação

Produtos alimentícios em geral.

3.2.2 Atividade da Água.

O significado do termo *teor de água* (umidade) é familiar para a maioria das pessoas. Isso implica em uma análise quantitativa para determinar a quantidade total de água presente na amostra. A determinação do teor de umidade é essencial na obtenção de regras para classificação de produtos nutricionais, especificação de fórmulas bromatológicas e monitoração de processos.

Contudo, somente o teor de água não é um indicador seguro para prever reações microbianas e reações químicas em materiais. As limitações da medida do teor de água são atribuídas pelas diferenças na intensidade com que moléculas de água se associam com outros componentes.

Atividade da água (A_a) é a medida do estado de energia da água em um sistema.

A definição antiga de atividade de água é a quantidade de água “livre” ou disponível em um produto – oposição a água ligada. A água livre possui as mesmas propriedades físicas da água pura, já a água ligada possui propriedades físicas diferentes.

A atividade da água fornece informações sobre crescimento microbiano, migração da água, estabilidade química e bioquímica, propriedades físicas e vida útil. Já a umidade não fornece estas informações.

A atividade de água e não a umidade determina o limite mínimo de disponibilidade de água para crescimento do microorganismo.

A atividade de água está intimamente ligada a uma propriedade termodinâmica denominada potencial de água, ou potencial químico (μ) de água, que é a mudança da Energia de Gibbs (G) quando a proporção de água no alimento muda. O equilíbrio ocorre no sistema quando μ é o mesmo em ambas as fases. Esse fator que nos possibilita medir o potencial de água da fase de vapor e usá-lo para determinar o potencial de água da fase líquida. Gradientes de μ são as forças-guia para o movimento de umidade. Além disso, em um sistema isotérmico, a água tende a mover-se de regiões de alto A_a a regiões de baixa A_a . O teor de água não é a força-guia para movimentos de água e, portanto não pode ser usado para prever a direção do movimento de água, exceto em materiais homogêneos.⁴

3.2.2.1 Aplicação

Produtos alimentícios em geral.

3.2.3 Cinzas

Resíduo por incineração ou cinza é o nome dado ao resíduo obtido por aquecimento de um produto em temperatura entre 500°C a 900°C. Este resíduo incinerado pode conter, além de substâncias minerais (dentre os mais comuns, e que encontram-se em maior quantidade estão o sódio, cálcio, magnésio, potássio, silício, enxofre e cloro), partículas de carbono procedente de uma combustão incompleta, e também impurezas do alimento (areia, terra...).³

3.2.3.1 Aplicação

Produtos alimentícios em geral.

3.2.4 Granulometria

O objetivo do método é de verificar perfis granulométricos de diferentes matérias-primas, verificar o grau de uniformidade de um produto em pó através do percentual de distribuição das partículas com relação ao seu tamanho.

O método pode ser estendido para avaliar a homogeneidade de um dado componente em pó dentro de uma mistura, ou então, a relação dos perfis granulométricos entre todos os componentes da mistura.³

3.2.4.1 Aplicação

Produtos em pó e granulados.

3.2.5 Densidade

Para determinar a densidade, em alimentos que se apresentam no estado líquido utilizando-se o picnômetro. Para substâncias sólidas é determinada a densidade compacta ou peso específico e a densidade aparente.³

3.2.5.1 Aplicação

Para os produtos em pó, usa-se a densidade compacta, já para os grãos, a densidade aparente é a utilizada.

3.2.6 pH

Potencial de hidrogênio (pH) é a medida da atividade do íon hidrogênio e está relacionado com a acidez ou alcalinidade de um produto.³

3.2.6.1Aplicação

Refrescos, bebidas lácteas e demais produtos.

3.2.7 Molhabilidade

Molhabilidade ou umectabilidade defini-se pela suscetibilidade das partículas para serem penetradas pela água ou outros líquidos. O método é usado para controle de qualidade do produto, quanto a sua instantaneidade e solubilidade do pó, mais especificamente, da matéria-prima aplicada a formulação.³

3.2.7.1Aplicação

Aplicável a produtos formulados contento cacau em pó lecitinado ou a própria matéria-prima .

3.2.8 Fibra Bruta

Sob o termo fibra bruta, encontram-se as frações de celulose e a lignina insolúvel.

Fibra bruta é a parte dos carboidratos resistente ao tratamento sucessivo com ácido e base diluídos, representando a grande parte da fração fibrosa dos alimentos.

A maior fração de fibra bruta, a celulose é bem aproveitada pelos ruminantes, uma vez que os microorganismos do rúmen são capazes de desdobrá-la, formando ácidos graxos voláteis, que são fontes de energia para esses animais. Além dos ruminantes, outras espécies também aproveitam a fibra bruta com maior ou menor eficiência. Ela também é responsável pelo bom funcionamento dos intestinos, estimulando seus movimentos peristálticos, não contendo valor nutritivo. Assim quanto maior a quantidade de fibra, menos nutritivo é o alimento.

A determinação de fibra bruta é importante para uma série de análise em alimentos porque determina a eficiência da moagem e refinação de farinhas; verifica a

maturação das frutas e vegetais: produtos muito maduros têm maior quantidade de fibra; indicam as adulterações do tipo de casca de nozes moídas, sementes em frutas processadas e serragem em alimentos em geral: estes adulterantes aumentam a quantidade de fibra.⁵

3.2.8.1 Aplicação

È aplicável a grãos, farinhas, rações para animais.

3.2.9 Acidez em ácido láctico

A acidez indica o estado de conservação do leite. Uma acidez alta é o resultado da fermentação da lactose produzindo ácido láctico, provocada por bactérias lácticas em multiplicação.

Em geral a acidez tende a aumentar à medida que o leite vai envelhecendo. Daí a importância da análise para o controle do leite in natura e/ou processado.

Uma acidez acima de 0,18% (valor crítico) pode causar coagulação do leite quando esta matéria-prima for usada em bebidas quentes.

Distingue-se dois tipos de acidez:

- Acidez de origem: é dada, sobretudo pela presença de anidrido carbônico, radical PO_4 e ácido cítrico. A acidez de origem é estática e tende a diminuir com a saída de gás carbônico.
- Acidez de fermentação: resulta da decomposição da lactose pelas bactérias produtoras de fermento láctico e outros contaminantes, que transformam a lactose em ácido láctico. É uma acidez que tende a aumentar quando as condições de desenvolvimento dos germes forem melhores; é uma acidez dinâmica.

Existem adulterações como a aguagem simples que diminui a acidez e a aguagem com soluções preparadas e adição de leite desnatado que mantêm a acidez invariada.⁵

3.2.9.1 Aplicação

Leite em pó integral, desnatado, in natura e soro de leite.

3.2.10 Classificação

É utilizada a classificação para a verificação, em percentagem, de produto em ótimas condições visuais, impurezas ou mesmo de produtos que não estão de acordo com o padrão.

3.2.10.1 Aplicação

Grãos, cereais e bagas.

3.3 ELABORAÇÃO DO MANUAL DE PROCEDIMENTOS DE PREPARO E SOLUÇÕES USADAS NO LABORATÓRIO FÍSICO-QUÍMICO

3.3.1 Procedimentos: vantagens de sua utilização.

Os procedimentos são instruções que orientam a execução de atividades, e geralmente especificam o propósito e o escopo de uma atividade, o que deve ser feito, quem executará as ações, quando e onde as ações acontecerão, como, com quais ferramentas e com quais instruções e de que forma as atividades serão registradas e controladas. A ausência de um procedimento ou a sua execução incorreta afetará a qualidade do produto ou serviço.²

Estes asseguram e melhoram a comunicação no ambiente empresarial, simplificam a gestão empresarial, fixam, desenvolvem e transferem tecnologia, uniformizam e democratizam o conhecimento, melhoram o nível técnico do pessoal, evitam desperdício de tempo, simplificam os sistemas de produção e padronizam rotinas, facilitam a administração da qualidade, e finalmente, graças a sua seqüência racional, qualquer informação desejada pode ser encontrada rapidamente.²

MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 VIDRARIAS, EQUIPAMENTOS E REAGENTES

4.1.1 Umidade

- Determinação de umidade através do uso de estufa de secagem–método clássico: moedor de facas marca Pic-lic, pesa-filtro de alumínio com tampa, dessecador com dessecante (SiO_2), balança analítica, estufa comum ou a vácuo.

- Determinação de umidade através de secagem por irradiação infravermelha: determinador de umidade infravermelho marca Sartorius modelo A30, prato de alumínio, colher de inox.

4.1.2 Atividade de água

Analizador de atividade de água *Aqualab*, grau, pistilo, pote plástico com tampa.

4.1.3 Cinzas

Cadinho de porcelana de 60 mL, chapa aquecedora, mufla, balança analítica, dessecador.

4.1.4 Granulometria

Máquina vibratória RO-TAP, peneiras (malhas), balança semi-analítica.

4.1.5 Densidade

- Densidade aparente: proveta graduada de 250 mL, balança semi-analítica.

- Densidade compacta: aparelho vibratório com proveta acoplada de 100 ou 500 mL, balança semi-analítica.

4.1.6 pH

Copo plástico ou béquer, pHmetro, papel absorvente.

4.1.7 Molhabilidade

Béquer de 1000 mL, papel alumínio, balança semi-analítica, equipamento guilhotina (com 8,5cm de diâmetro na abertura e com distância entre os fios de nylon de 5 mm), cronômetro, espátula.

4.1.8 Fibra bruta

Copo Berzelius de 600 mL, cadinho de porcelana, funil de büchner; sistema de filtração à vácuo, balança analítica, estufa à 130°C, mufla à 600°C, sistema de refluxo instalado sobre uma chapa aquecedora, éter etílico, álcool etílico 95%, solução de ácido sulfúrico à 1,25%, solução de hidróxido de sódio à 1,25%, óxido de alumínio.

4.1.9 Acidez em ácido láctico

Balão volumétrico 100 mL, agitador magnético, pipeta volumétrica de 10 mL, balança analítica, erlenmeyer de 125 mL, solução de NaOH 0,1 N, solução indicadora de fenoftaleína a 1%, água destilada e desgaseificada (destilada e fervida).

4.1.10 Classificação

Balança semi-analítica, refratário, béquer.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Umidade

Os métodos para determinação de umidade são vários, pois irá depender das características e composição do alimento, mas nenhum é preciso, exato, rápido, fácil e aplicável a todo tipo de alimento ao mesmo tempo. As dificuldades encontradas são a separação incompleta da água, decomposição do produto com formação da água, além da original perda das substâncias voláteis do alimento que serão computadas como peso em água. A determinação de umidade em alimentos é feita através do método gravimétrico, utilizando estufas ou com analisadores de umidade.

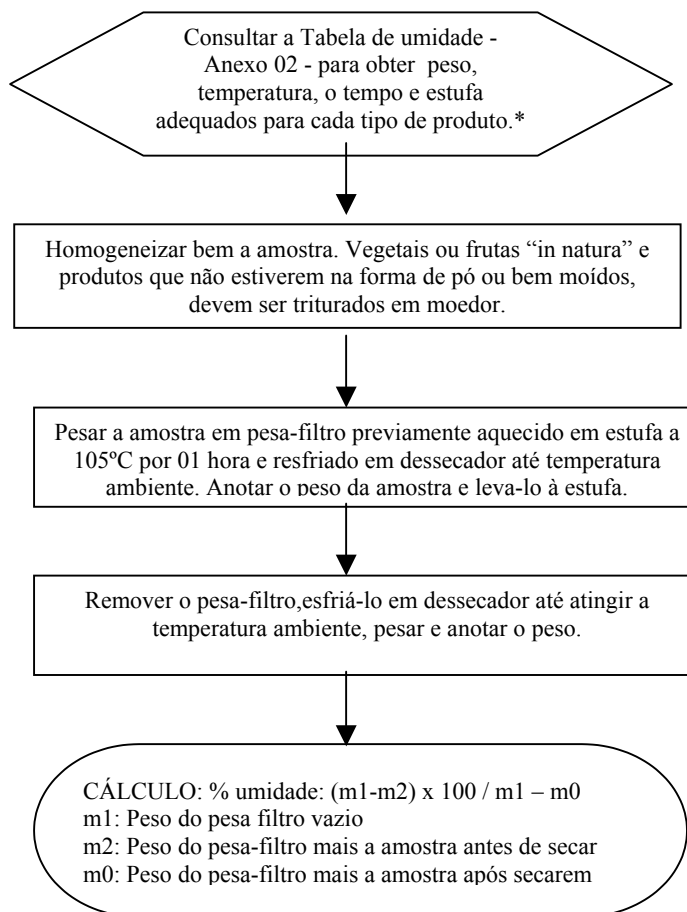
- Determinação de umidade através do uso de estufa de secagem—método clássico: a amostra é seca através do ar quente e determina-se o conteúdo de umidade pela diferença de massa final e inicial com auxílio de uma balança analítica.
- Determinação de umidade através de secagem por irradiação infravermelha: a secagem da amostra é obtida por radiação de infravermelho direta, onde a energia absorvida produz calor secando a amostra.⁷

Para a preparação das amostras segue-se: (i) amostras sólidas e granuladas necessitam de trituração, (ii) amostras em forma de pó, líquidas e pastosas necessitam homogeneização.

- Determinação de umidade através do uso de estufa de secagem—método clássico:

A análise é feita em triplicata para cada amostra, e o resultado é comparado com a especificação do produto, para a liberação deste ou não.

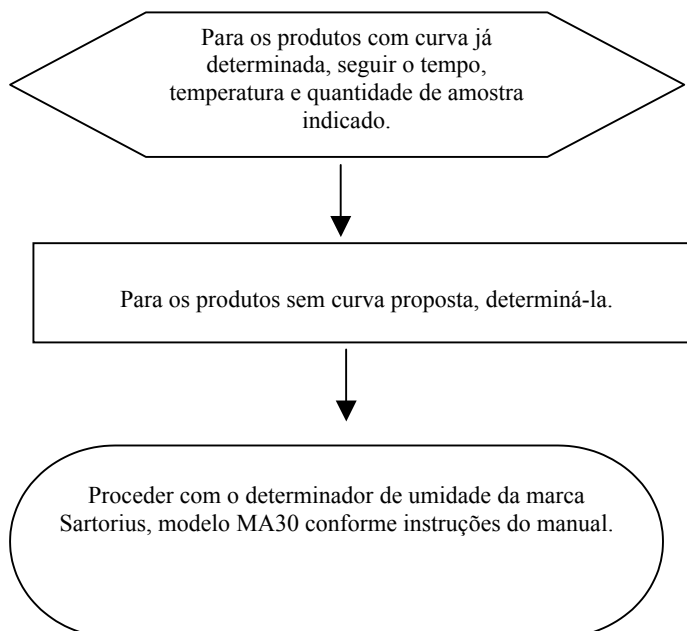
a) Fluxograma do método da determinação de umidade através do uso de estufa de secagem.



* Para cada produto há um método que descreve o peso, temperatura, o tempo e estufa adequados.^{8,9,10,11}

▪ Determinação de umidade através de secagem por irradiação infravermelha: A espessura da amostra deve ficar entre 10 e 15 mm. O tempo de secagem varia com a amostra (2,0 a 20 minutos). O peso da amostra deve variar de 2,5 a 20,0g, dependendo do conteúdo da água.

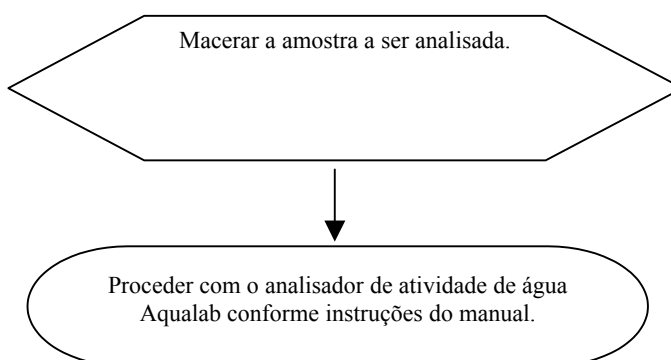
b) Fluxograma do método da determinação de umidade através de secagem por irradiação infravermelha:



4.2.2 Atividade da água

O instrumento *AquaLab* emprega a técnica de medida de atividade de água através do ponto de orvalho em espelho resfriado. O instrumento utiliza a técnica do ponto de orvalho, onde a pressão de vapor da amostra é equilibrada com o espaço vazio da câmara fechada que contém um espelho e resulta na detecção da condensação no espelho. No equilíbrio, a umidade relativa do ar na câmara é igual a atividade de água na amostra.⁴

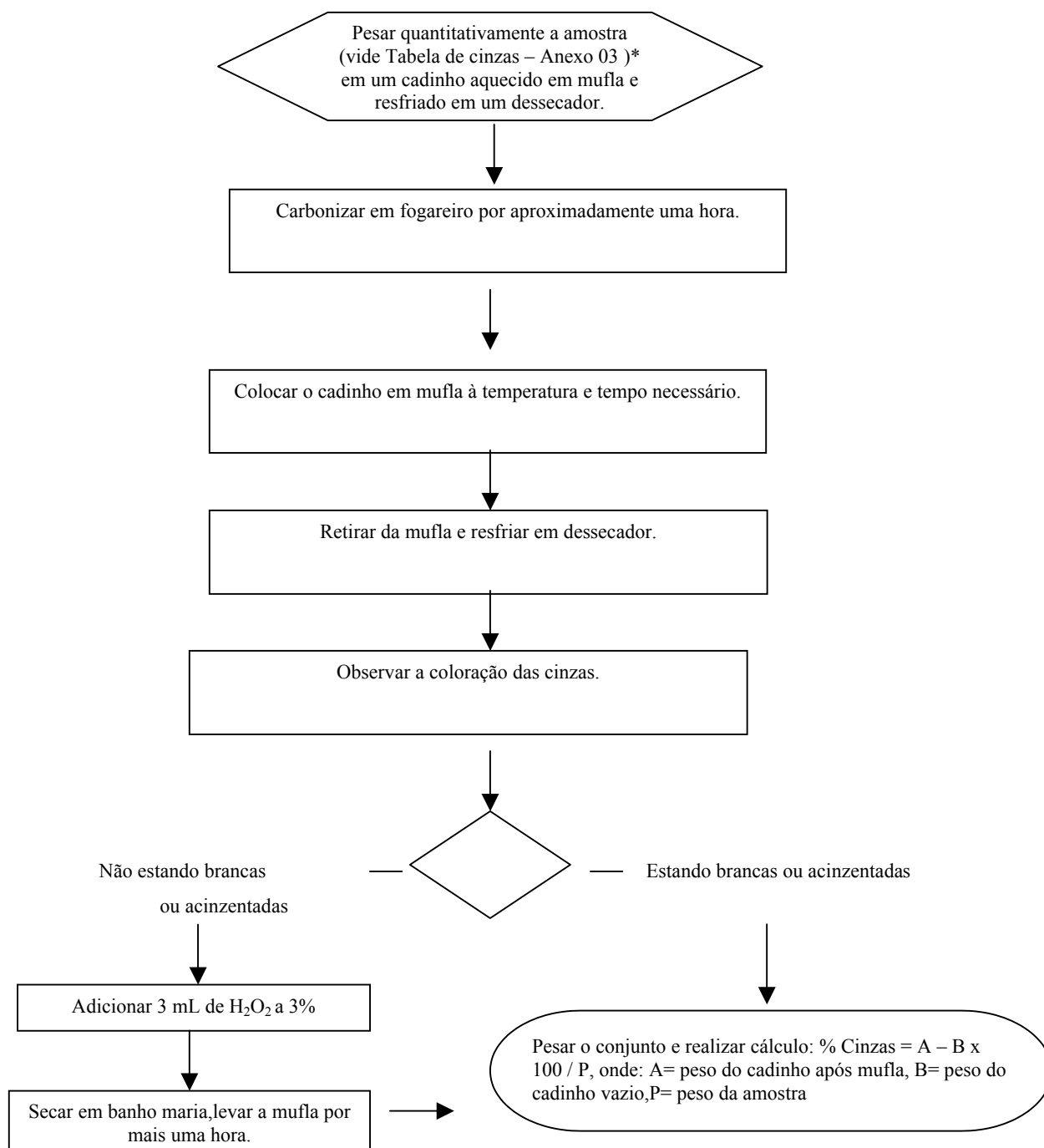
a) Fluxograma do método da determinação de umidade através de secagem por irradiação infravermelha:



4.2.3 Cinzas

Geralmente, as cinzas são obtidas por ignição de quantidade conhecida da amostra, entre 1 e 5g, em cadinho resistente ao calor, mantido em mufla, até eliminação completa do carvão. As cinzas deverão ficar brancas ou ligeiramente acinzentadas. A análise é feita em duplicata.

a) Fluxograma do método de cinzas :



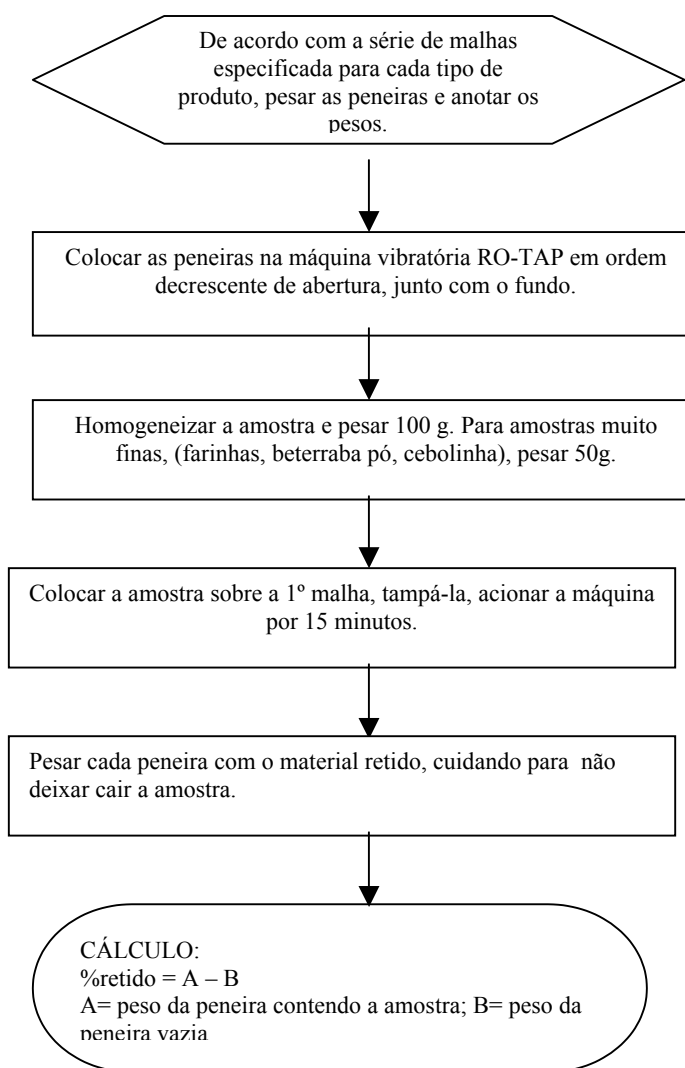
* Para cada produto há um método que descreve o peso, temperatura, o tempo e estufa adequados para cada tipo de produto.^{12,13,14,15}

4.2.4 Granulometria

Determinada quantidade da amostra é submetida a agitação sob as malhas devidamente posicionadas por período pré-determinado e em seguida procede-se o cálculo da percentagem.¹⁶

Repete-se a análise apenas para confirmação quando o resultado estiver fora da especificação.

a) Fluxograma do método de granulometria :

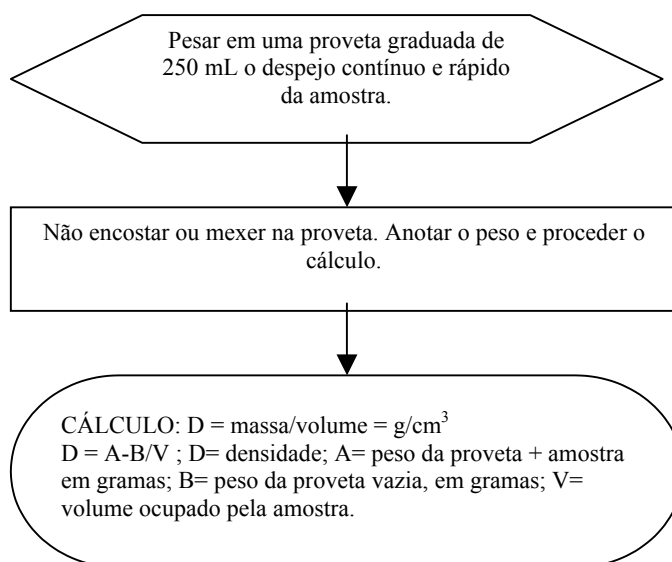


4.2.5 Densidade

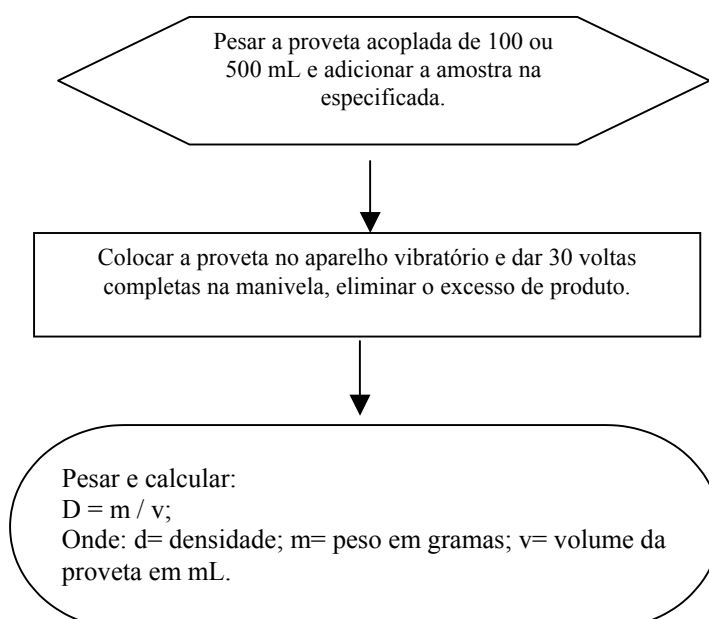
A densidade é definida como a relação entre a massa de um corpo, geralmente a 20°C, pela massa de um igual volume de água a 4°C (ou, algumas vezes a 20°C).

- Densidade Compacta: Relação entre a massa ocupada por 100 ou 500 mL da substância após compactação, acomodação dos grânulos.^{3,17}
- Densidade Aparente: Relação entre a massa ocupada por 250 mL da substância.

a) Fluxograma do método da densidade aparente



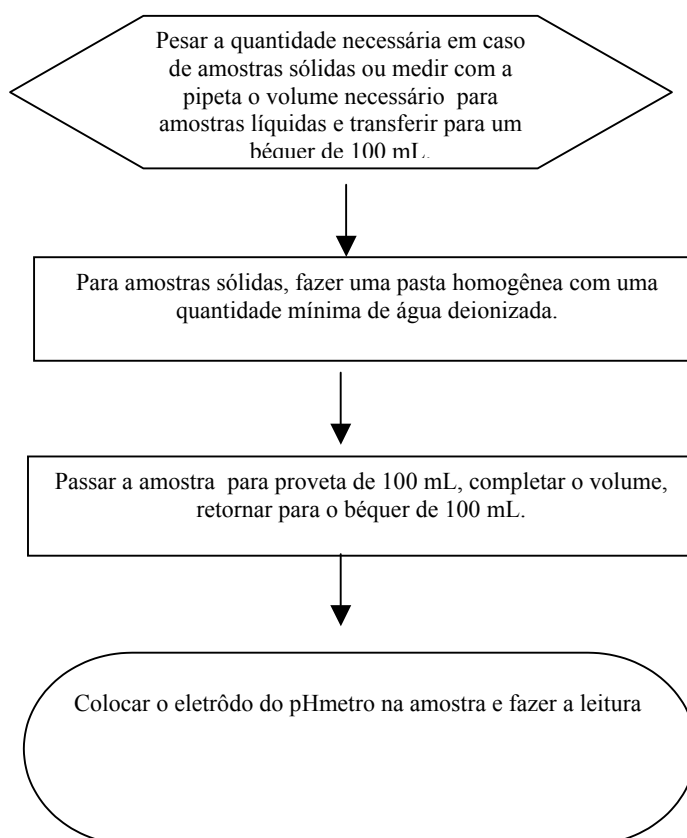
b) Fluxograma do método da densidade compacta



4.2.6 pH

O pH pode ser medido pela determinação do potencial elétrico entre o eletrodo de vidro e o eletrodo de referência, usando equipamento apropriado.

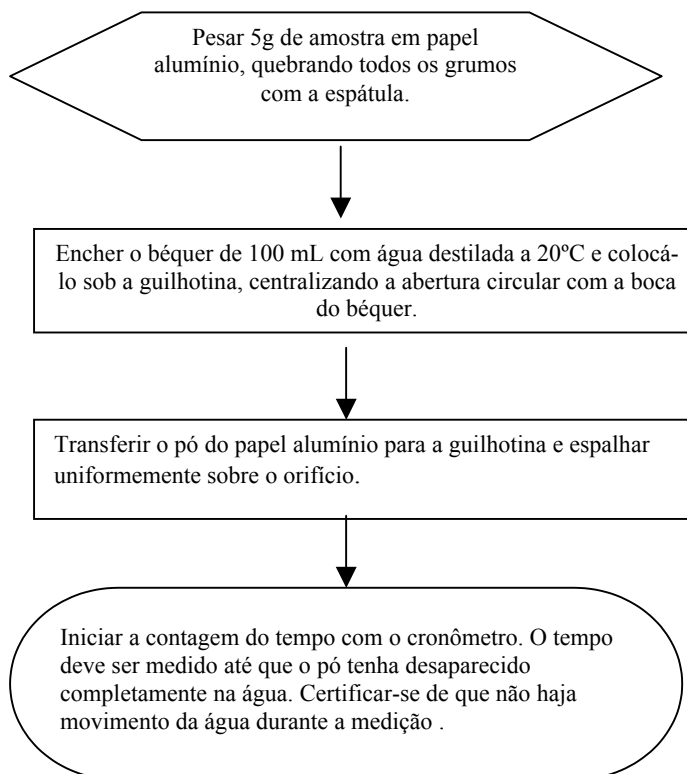
a) Fluxograma do método de pH



4.2.7 Molhabilidade

O método determina a taxa de molhabilidade. O pó é despejado sobre a água e avalia-se o tempo em que o pó desaparece inteiramente na água.¹⁸

a) Fluxograma do método de molhabilidade

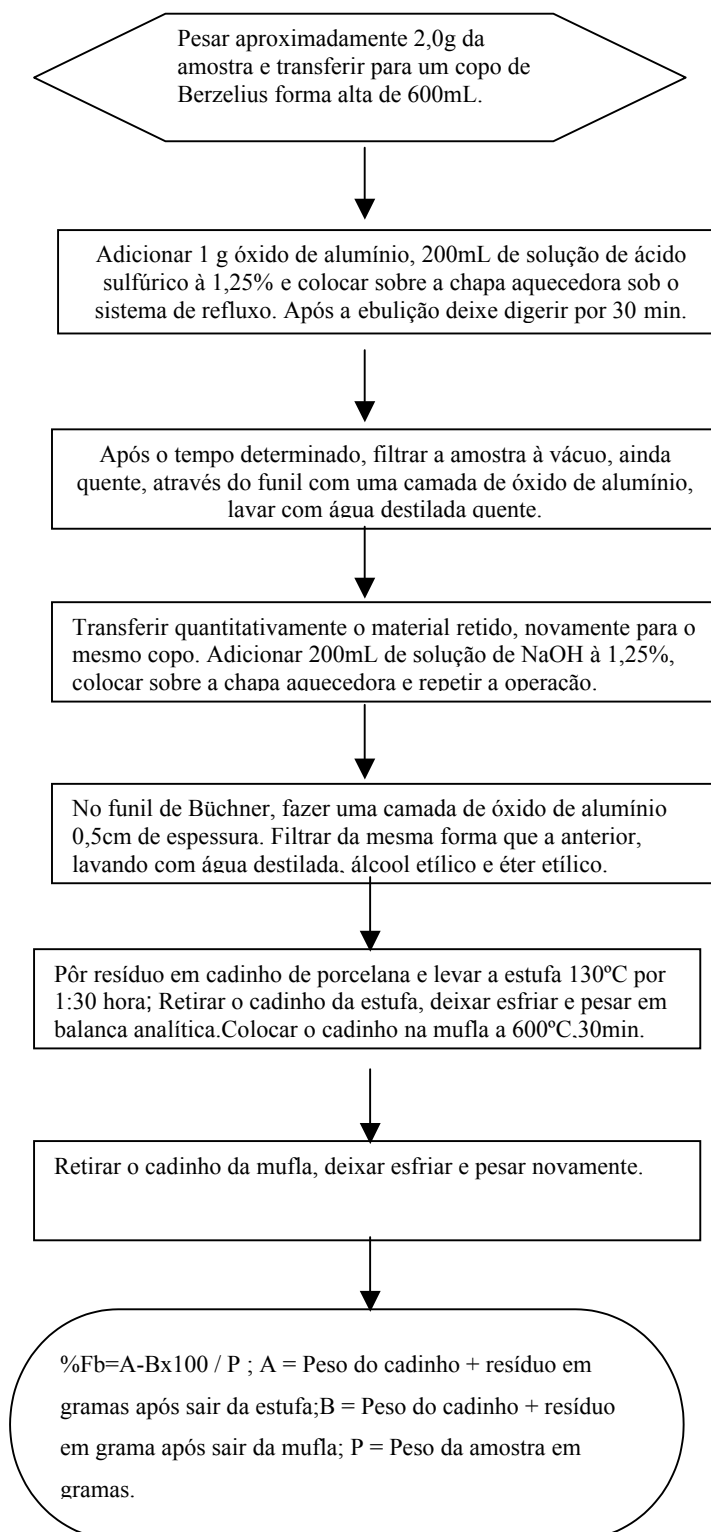


4.2.8 Fibra bruta

Determina como fibra bruta, a perda por incineração do resíduo seco em estufa, remanescente após digestão da amostra diluída com ácido clorídrico e hidróxido de sódio.^{19,20}

A análise é feita em duplicata, com os devidos cuidados quanto à temperatura do refluxo (digestão), para que não haja perda de material.

a) Fluxograma do método de fibra bruta.

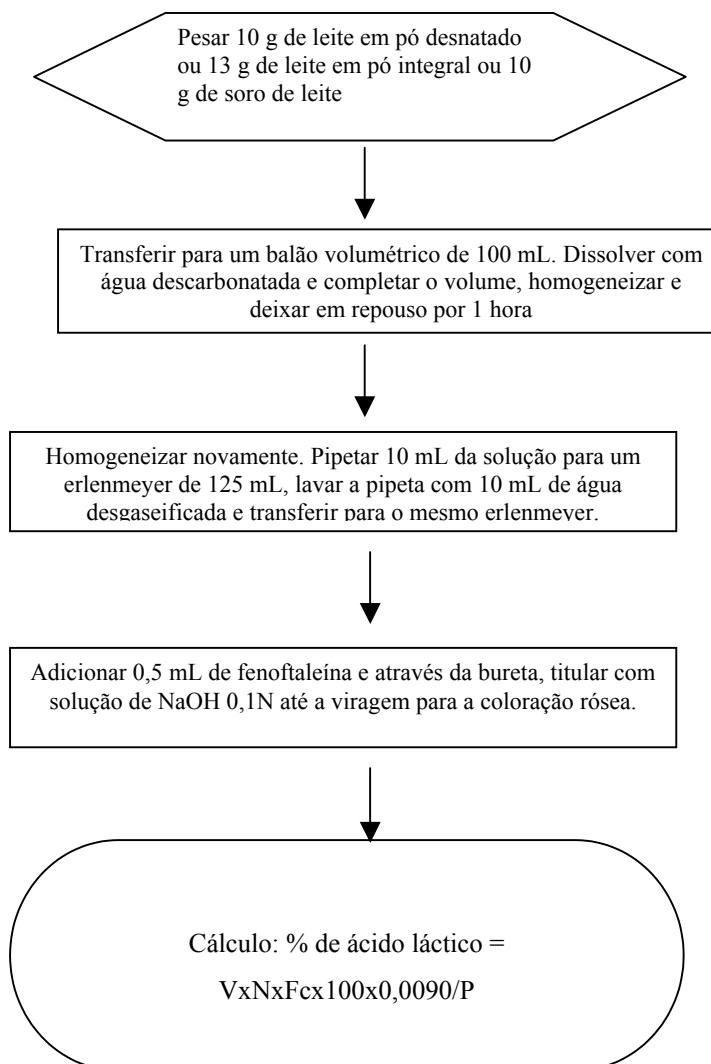


4.2.9 Acidez em ácido láctico

O método fundamenta-se na neutralização até o ponto de equivalência, pelo NaOH, na presença de indicador fenoftaleína.^{21,22}

Faz-se a análise em duplicata, para a garantia do resultado.

a) Fluxograma do método de acidez em ácido láctico



Onde:

V = mL da solução gastos na titulação

N= normalidade da solução de NaOH

Fc= fator de correção da solução de NaOH

P= quantidade de amostra presente na alíquota (1 g para o leite desnatado e soro de leite / 1,3 g para leite integral)

0,0090g – 1 L.....1N.....90g de ácido láctico

1 L.....0,1N.....0,90g de ácido láctico

1mL.....0,1N.....0,0090 g de ácido láctico

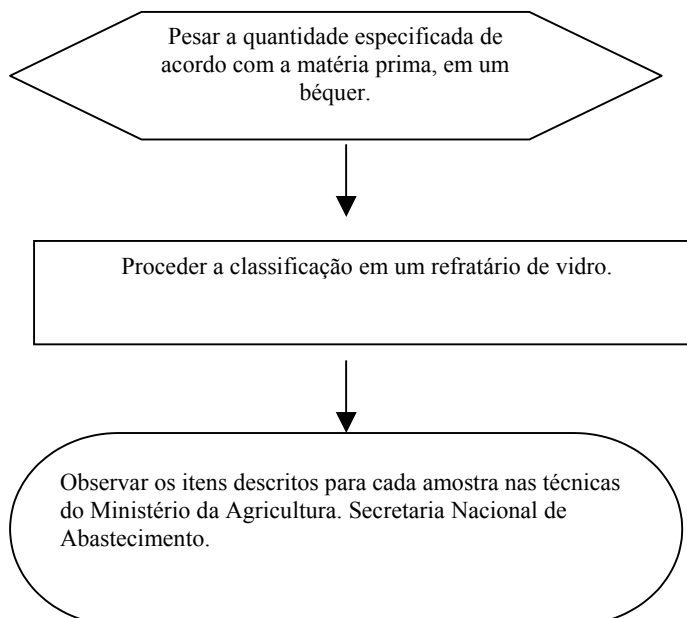
A acidez é expressa em grau Dornic, que significa o número de décimas de centímetro cúbico de uma solução N/9 de NaOH ou seja, com 4,445 g de NaOH por litro, necessárias para neutralizar a acidez de 10 g de ácido láctico. Na escala da bureta, tem-se que cada 0,1 mL de solução alcalina corresponde a 1° D.

A acidez normal expressa em graus Dornic deve estar compreendida entre 15 e 20 °D, logo, um leite fora desta faixa é considerado anormal ou fraudado.

4.2.10 Classificação

O método determina a classificação visual de grãos, cereais e bagas, visando uma escolha criteriosa do produto, baseando-se em normas do Ministério da Agricultura, em que cada amostra possui sua especificação de impurezas e avariações permitidas.

a) Fluxograma do método de classificação



5 RESULTADO E DISCUSSÃO

Foram realizadas análises físico-químico em produtos acabados, semi-elaborados e matérias primas, segundo uma frequência já estabelecida pela empresa:

(i) Matérias-primas críticas: todos os lotes recebidos são analisados, por exemplo: leites em geral, polpa de suco concentrado, açúcar, soja, damasco e mamão cristalizado, maçã em cubos, mix de frutas, banana-passa, crispies e os produtos destinados ao mercado industrial.

(ii) Matérias-primas que não são críticas: são liberadas apenas com o laudo do fornecedor e as análises físico-químicas são realizadas a cada cinco lotes que chegam à fábrica. Por exemplo, os aromas e farinhas.

Já as farinhas modificadas e as barras de cereais são analisadas duas vezes por mês para manter um histórico do produto; os demais produtos são analisados quando produzidos, em caso de mudança de formulação, quando destinados às prefeituras municipais ou ainda quando for um lançamento.

Umidade

A quantidade de água é importante no processamento de vários produtos. O conteúdo de umidade nos alimentos pode variar de 1% no açúcar, 4% no leite em pó até 65-95% nas frutas e vegetais.

A análise de umidade com equipamentos por secagem infravermelha possui a vantagem em relação à estufa, da curta duração do processo de secagem (como há penetração de calor dentro da amostra, o tempo de secagem é reduzido em até 1/3 do total), com resultados disponíveis em poucos minutos, pois o equipamento tem as duas funções, pesagem e secagem. Mas, pode ocorrer decomposição da amostra como ocorre em outros métodos de secagem e junto com a água evaporar outras substâncias; uma desvantagem em relação às estufas deve-se ao motivo da repetibilidade não ser muito boa, isso é comum a matérias-primas críticas como por exemplo a banana-passa e o mix de frutas, que tem-se dificuldade de encontrar uma curva para a análise, pois pode ocorrer reações metabólicas modificando a composição química do alimento.

Já o método clássico da estufa, é um procedimento de referência com boa reprodutibilidade. Sua principal vantagem é a quantidade de amostras que podem ser analisadas ao mesmo tempo e nas mesmas condições. O aquecimento direto da amostra a 105°C é o processo mais usual e normatizado. Amostras de alimentos que se decompõe, ou iniciam transformações a essa temperatura, devem ser aquecidas em estufas à vácuo, onde se reduz a pressão e se mantêm a temperatura de 70°C , tais como vegetais e frutas desidratadas, entre outros relacionados no Anexo 02, que mostra o tipo de secagem mais conveniente para cada tipo de alimento.

Tendo em vista que o determinador de umidade infravermelho fornece resultados mais rápidos, para utilizá-lo fez-se necessário a construção de tabelas especificando limites toleráveis para cada amostra. Estas tabelas são construídas baseadas na perda de peso em estufa para cada material e na empresa são chamadas de *curvas*, facilitando assim o trabalho no laboratório. Defini-se curva, a determinação de umidade retirada da amostra com a diminuição do peso desta em relação ao aumento do tempo em determinada temperatura.

Para um resultado mais confiável, usou-se 5 pontos do lote da matéria prima. Após os resultados dos valores de umidade da estufa, a amostra foi destinada ao determinador, tomando devidos cuidados com a rápida selagem, evitando assim a absorção da umidade.

Dentre as amostras testadas, foi escolhido duas curvas para exemplificação:

- Curva da cebolinha desidratada

A cebolinha desidratada já possuía uma curva descrita (5g/100°C/3,5min), mas como o aparelho havia sido aferido, usou-se estes dados como base para confirmação. Os resultados são descritos na Tabela 01.

Tabela 01: Tabela de limites toleráveis do primeiro teste para a determinação de umidade da cebolinha desidratada - (5g/100°C/3,5min).

Amostras	Umidade na estufa (%)	Umidade no determinador (%)	Diferença entre umidade na estufa e no determinador (%)
1	3,71	3,48	- 0,23
2	4,51	4,59	+ 0,08
3	4,37	4,07	- 0,30
4	4,54	4,51	- 0,03
5	4,43	4,33	- 0,10

Foi acordado entre os cooperadores do laboratório uma diferença admissível de 0,2 %, um valor superior poderia afetar a qualidade do produto que seria composto com uma matéria prima de umidade diferente da descrita na especificação.

Observa-se uma maior diferença na Tabela 01 das amostras 1 e 3, assim, repete-se com a mesma amostra, tempo e temperatura, mas com mais agilidade e precisão o teste, e tem-se resultados de umidade do determinador, mais próximos com o da estufa, conforme Tabela 02.

Tabela 02: Tabela de limites toleráveis do segundo teste para a determinação de umidade da cebolinha desidratada - (5g/100°C/3,5min).

Amostras	Umidade na estufa (%)	Umidade no determinador (%)	Diferença entre umidade na estufa e no determinador (%)
1	3,71	3,69	- 0,02
2	4,51	4,59	+ 0,08
3	4,37	4,22	- 0,15
4	4,54	4,51	- 0,03
5	4,43	4,33	- 0,10

Com os valores obtidos e descritos na Tabela 02, obteve-se a curva do produto, que não precisou ser alterada, e após confirmação com um lote subsequente, passou a ser analisada somente através do determinador de umidade, reduzindo assim o tempo na estufa de 6 horas para apenas 3,5 minutos no determinador.

▪ Curva do arroz desidratado

Para o arroz desidratado, usou-se como base o tempo e a temperatura, respectivamente 5,5 min e 130°C da curva estabelecida anteriormente a aferição do aparelho determinador de umidade, mas os resultados ficaram distantes do esperado, conforme descrito na Tabela 03.

Tabela 03: Curva da umidade do arroz desidratado – (5g/130°C/5,5min).

Amostras	Umidade na estufa (%)	Umidade no determinador (%)	Diferença entre umidade na estufa e no determinador (%)
1	5,64	5,99	+ 0,35
2	6,11	6,42	+ 0,31
3	6,27	6,44	+ 0,17
4	5,46	5,51	+ 0,05
5	5,51	5,65	+ 0,14

Perante os resultados obtidos, fez-se necessário uma secagem automática até o alcance do peso constante, para então confirmar o tempo adequado, alterando-se a temperatura para 145°C. Tabela 04.

Tabela 04: Confirmação do tempo adequado com a amostra 01 para a curva do arroz desidratado com temperatura de 145°C .

Tempo (min)	Umidade (%)
0,0	0,0
0,5	3,11
1,0	3,75
1,5	3,98
2,5	4,52
3,0	4,98
3,5	5,18
3,6	5,24
3,7	5,28
3,8	5,34
3,9	5,41
4,0	5,47
4,1	5,54
4,2	5,64

Com a secagem automática, tem-se o tempo (4,2 minutos) necessário para obtenção da curva, repete-se com a mesma amostra e com as quatro amostras restantes para confirmação. Tabela 05

Tabela 05: Curva da umidade do arroz desidratado - (5g/145°C/4,2min).

Amostras	Umidade na estufa (%)	Umidade no determinador (%)	Diferença entre umidade na estufa e no determinador (%)
1	5,64	5,68	+ 0,04
2	6,11	6,13	+ 0,02
3	6,27	6,30	+ 0,03
4	5,46	5,51	+ 0,05
5	5,51	5,53	+ 0,02

Com estes resultados do determinador próximos ao da estufa, tem-se a nova curva para o produto.

Atividade da água

A partir de junho/2004 iniciou-se testes da análise de atividade da água para uma matéria-prima crítica, a banana – passa.

O motivo pela qual tende-se a substituir a análise de umidade em estufa pela atividade da água, deve-se ao fato de que a atividade da água determina o limite mínimo de disponibilidade de água para o crescimento microbiano, informação esta, suficiente para a banana-passa, que não necessita do resultado de umidade para o cálculo da informação do valor nutricional, por ser uma matéria-prima.

Outro fator relevante é o tempo da análise de umidade através de estufa, em torno de 8 horas, enquanto que no aparelho de atividade da água, o resultado da análise é fornecido em poucos minutos.

Estão sendo realizados testes para buscar especificação para o material. Usam-se as amostras que possuem um teor de umidade dentro do especificado (18 a 21%), para a obtenção dos limites aceitáveis de atividade da água no aparelho *Aqualab*. Resultados estes que ainda estão em estudo.

Cinzas

As cinzas analisadas, juntamente com a umidade, proteína, lipídio e fibra alimentar resultam o valor de porcentagem de carboidrato presente na amostra em análise quando somados e diminuídos por 100 ou pela porção do mesmo. Para produtos *diets* e *lights* o valor de porcentagem total do carboidrato é diminuído pela quantidade de polidextrose ou sorbitol específico para cada produto.

Exemplificando a importância das cinzas, tem-se a farelo de soja, que se possuir um alto teor de cinzas, no processo de extrusão (aquecimento – modificação do estado físico da matéria), revelará impurezas (casca da soja), uma não-conformidade para o produto.

Granulometria

Quanto a granulometria, para algumas matérias-primas, as amostras resultam fora do especificado. Conforme o processo na qual a matéria é destinada, o resultado afetará ou não. Por exemplo, a carne bovina com grânulos menores que o especificado,

afetaria o produto final sopa, o que comprometeria a qualidade perante aos consumidores.

Densidade

A densidade aparente de sólidos, que não consta na literatura, é um método adotado pela empresa, para controle na fábrica, quanto à vazão dos produtos na mistura, estes produtos, grãos, não são feitos por densidade compacta pelo motivo dos grânulos não se acomodarem no aparelho vibratório.

pH

A análise de pH, além de ser feita para alguns produtos; como extrato de chá, polpas, *tetra-pak*; é feita também para caixas de água de toda a empresa, das caldeiras e para a água da lagoa de tratamento de efluentes, que é determinada diariamente, constatando um valor de pH esperado, sempre próximo ao da neutralidade.

Fibra bruta

A análise de fibra bruta é feita para a matéria prima farelo de soja e seu produto acabado o maxten, para controle junto à empresa o qual é fornecido. O resultado varia entre 3 a 4% de fibra bruta no farelo de soja e no maxten.

Para outros alimentos faz-se a análise de fibra alimentar, que é a exigida pela legislação e que deve constar na rotulagem do produto.

Molhabilidade

Para a análise da molhabilidade, quanto menor o tempo cronometrado, melhor a instantaneidade do produto em teste, o tempo especificado para tal é de 60 segundos.

Acidez do ácido láctico

Uma acidez acima de 0,18% (18 °D) pode causar coagulação do leite quando esta matéria-prima for usada em bebidas quentes.

Para as matérias-primas leite integral, leite desnatado e o soro de leite, é amostrada todas as datas de fabricação para a análise de acidez do ácido láctico, quando resulta fora do especificado, repete-se a operação, se ainda o resultado persistir, é feito um documento de não-conformidade para o fornecedor.

Tal documento é entregue aos fornecedores de todas as matérias-primas quando há uma não conformidade. A devolução ou não do produto dependerá de sua finalidade e se a não-conformidade influenciará ou não.

Classificação

Para as classificações de grãos, cereais e bagas, são consultadas as normas específicas das técnicas de padronização do Ministério da Agricultura, que descreve as impurezas, defeitos graves e gerais e avarias da matéria-prima.

Manual de procedimentos de preparo de soluções e reagentes usadas no laboratório Físico-Químico

A elaboração do manual fez parte do PADA (Processo de Acordos de Desempenho e Desenvolvimento), um programa de desenvolvimento organizacional da empresa Nutrimental S/A.

O PADA é um acordo planejado da equipe, sobre metas de desempenho e atividades de desenvolvimento para o futuro.

Com este manual, além de organizar e padronizar o preparo das soluções usadas no laboratório, colaborei com outras melhorias, tais como:

- substituição de soluções com um índice de maior periculosidade por soluções menos agressivas à saúde e ao meio-ambiente. Ex: a troca da solução sulfocrômica, usada para lavagens de vidraria, pela solução sulfonítrica.
- Alertar aos colaboradores do laboratório quanto a procedimentos de emergências errôneos divulgados no setor através de quadros explicativos.
- Fixar aos colaboradores a importância do conhecimento de medidas de segurança.

Foram descritos os seguintes procedimentos de preparo de soluções e reagentes: solução de ácido sulfúrico 0,1 N; 0,5 N; 1,00 N e 2,00 N; solução de hidróxido de sódio 0,01 N; 0,5 N; 0,1 N e 1,00 N; solução de ácido clorídrico 0,1 N; 0,5 N; 1,00 N e 6,00 N; solução de permanganato de potássio 0,1N e 1N; solução de iodo 0,02 N e 0,1 N; solução indicadora vermelho de metila 0,2%; solução indicadora de cromato de potássio 5%; solução de nitrato de prata 0,1 N; solução de tiosulfato de sódio 0,01 N; 0,1 N; 1,00N; solução de EDTA 0,1 N; solução de soda cáustica 50%; solução

sulfonítrica; solução de carbonato de sódio 0,5 N; solução indicadora de cromato de potássio 5%; solução de cloreto de bário 1,00 N; solução éter de petróleo e éter etílico (1 + 1); solução de floroglucina 0,1%; solução de amido 1%; solução de ácido clorídrico 2+1; solução de Fehling A e B; solução de cloreto de potássio 3 M; solução de acetato de zinco 30%; solução de ácido nítrico 1+9; solução de ácido sulfúrico 1,25%, hidróxido de sódio 1,25%; solução de acetato de amônio e solução de alúmen de potássio.

Modelo de um procedimento - Solução NaOH – Anexo 01

6 CONCLUSÃO

Após concluir o estágio na Nutrimental Indústria e Comércio de Alimentos S/A, notou-se a importância do estágio para a formação profissional. A convivência com profissionais da área de engenharia, química, biologia e farmácia serviu principalmente para visualizar a importância do trabalho de áreas integradas dentro de uma empresa. O estágio realizado atuou como um incentivo a mais para a percepção da execução da prática apoiada nos conhecimentos teóricos adquiridos na universidade. A adaptação ao ambiente de trabalho foi uma experiência positiva, quanto aos requisitos de organização, responsabilidade e coleguismo.

A participação em reuniões técnicas foi de grande valia para ganhar segurança necessária para interrompê-la e dar o pronunciamento em relação a opinião própria.

Enfim, o estágio foi muito importante para complementar a formação profissional, deixando com aptidão às mínimas condições exigidas pelo mercado de trabalho de hoje, esperadas de um químico.

Importa também considerar que é de fundamental importância na produção de alimentos a boa qualidade da matéria-prima recebida. Neste sentido, um rígido controle de entrada e saída de alimentos é imprescindível para a sua boa qualidade e aceitação do consumidor. Desta forma, a boa formação profissional daqueles que atuam na área é de extrema importância na qualidade dos alimentos que serão consumidos pela população.

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- 1) Informativo dos 35 anos da Nutrimental, formulado pelo setor de *Marketing*, juntamente com a diretoria da indústria, 2003
- 2) PIRES, Adalnir Luciana. Utilização de procedimentos visando melhorias de qualidade. Monografia apresentada á PUC –PR, 1996.
- 3) NORMAS ANALÍTICAS DO INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 3º ed, Vol. 1, 1985. P. 196.
- 4) Manual do equipamento determinador de atividade da água *Aqualab*.
- 5) ZANGELMI, Antônio C. Bueno. *Produtos de Soja, Leite, Farinha e outros*. Governo do Estado de São Paulo. Secretaria da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia P 1-52
- 6) ANDRADE, L.B., FOLTRAN,C., RAMOS, K. *Manual do estagiário da Nutrimental*. Curitiba, 2001.
- 7) Manual do equipamento determinador de umidade infravermelho *Moisture Analyzer* MA 30, Sartorius.
- 8) A.A.C. C. – AMERICAM ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. 3Ed. v.2 Método 44-19
- 9) NORMAS ANALÍTICAS INSTITUTO ADOLFO LUTZ. 3Ed. São Paulo, v. 1, 1985
 - Método 6.1.1.1. p.125
 - Método 16.4.2. p.244
 - Método 17.13. p.261
 - Método 4.5. p.21/22
 - Método 4.6. p.25

- 10) A. O. A. C. – AMERICAM OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. 15Ed, v. 2, método: 950.17 – 950.20, 1990, p 751.

Método 930.15	p.69
Método 979.12	p.760
Método 931.04	p.763
Método 925.10	p.777
Método 945.38	p.788
Método 927.05	p.834
Método 925.30b	p.853
Método 934.06	p.912
Método 935.46b	p.929
Método 925.40	p.949
Método 964.22	p.989
Método 925.45	p.1010-1011
Método 950.65	p.1125

- 11) A. O.C. S. – AMERICAM OIL CHEMISTS SOCIETY. 14Ed. v.1, 1989.

Método Ac	2-41
Método Bc	2-49
Método Ca	2d-25

- 12) A.A. C. C. – AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS, 1990
Métodos: 08-03, 08-10 e 08-11

- 13) A. D. M. I. – AMERICAN DRY MILK INSTITUTE, *Inc. Standards for Grades of Dry Milk including Methods of Analysis*. Boletim 916, Chicago-Illionois, 1971, p. 36

- 14) A. O. A. C. – AMERICAM OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. 15Ed, v. 2, método: 945.18, 972.15 e 923.03, 1990, p 731, 763, 777-778.

- 15) A. O. C. S. – AMERICAN OIL CHEMISTS'S SOCIETY, Método Bc 5-49, 3Ed, 1989.

- 16) ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 10206, mar de 1988.

17) CHRISTIAN, G. D. *Analytical chemistry*. 3° ed. New York: Jonh Wiley & Sons, 1980.

18) Metodologia enviada pelo fornecedor CARGILL – Ihéus BA

19) AACC – AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS, vol. 1, método 32-10, 1983.


20) A.O.C.S – AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY, método reprovado Ba 6-84, 1989.

21) A. O. A. C. – ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. 15Ed, v. 2, método: 947.05, 1990, p 805.

22) A. D. M. I. – AMERICAN DRY MILK INSTITUTE, Inc. Boletim, Chicago (916):25.

ANEXOS

ANEXO 01

	Numeração:	Emissão:	Edição:	Página:
	PFQ 007	MAI/05	1ª	1 de 4

PROCEDIMENTO FÍSICO-QUÍMICO

SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NAOH)

1. OBJETIVO

Fixar procedimento para preparação da solução de Hidróxido de Sódio 0,01 N; 0,5 N; 0,1 N e 1,00N pelo Setor de Controle da Qualidade.

2. RESPONSABILIDADE

É responsabilidade do técnico em química qualificado para esta função a execução deste procedimento.

3. PRECAUÇÕES ESPECIAIS

- 3.1 Seguir com rigor a metodologia proposta neste procedimento.
- 3.2 A vidraria empregada deve estar rigorosamente limpa e seca.
- 3.3 A água utilizada na limpeza do material, na preparação e padronização da solução deve ser deionizada.
- 3.4 Para manuseio seguro do hidróxido de sódio recomenda-se:
 - Efetuar esvaziamento de recipiente, transferência, diluições, dissoluções etc, evitando projeções do líquido. Não fazer pipetagem com a boca.
 - Usar sempre o equipamento de proteção individual recomendado.
 - O álcali precisa estar armazenado em lugar fresco, longe de umidade, especialmente, o hidróxido de sódio, que é deliquescente(higroscópico).
- 3.5 Atendimento de urgência.

Em caso de contato com a pele:

 - Retirar a vestimenta contaminada. Remover imediatamente o produto lavando o local com grande quantidade de água, por pelo menos 15 minutos, até que a pele fique livre de álcali, o que é indicado pelo desaparecimento do aspecto saponáceo.

Em caso de contato com os olhos:

 - Lavar os olhos com água corrente em abundância, pelo menos por 15 minutos. Utilizar lava-olhos.

Em caso de inalação:

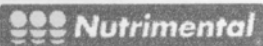
 - Transportar o acidentado para área não contaminada

Em caso de ingestão:

 - Se a vítima estiver consciente, dar óleo de oliva ou outro óleo comestível para beber. Somente na impossibilidade de misturar óleo, dar pequenas quantidades de água. **NÃO PROVOCAR O VÔMITO.** Em caso de ingestão de soluções de pH inferior a 11.5 e se a vítima estiver perfeitamente consciente: Fazer lavar a boca com água fresca e gargarejar.

Aprovado por:

Controle da Qualidade

	Numeração: PFQ 007	Emissão: MAI/05	Edição: 1ª	Página: 2 de 4
PROCEDIMENTO FÍSICO-QUÍMICO				
SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH)				

Fazer sentar-se.

Dar de beber água fresca ou leite.

Evitar o resfriamento da pessoa com uso de cobertores.

Nos outros casos: Não dar nada para beber.

Em todos os casos, procurar um médico.

4. MATERIAIS / EQUIPAMENTOS

4.1 Preparo da solução

- Balança
- Balão volumétrico de 1000 mL
- Becker de 250 mL.
- Espátula.
- Hidróxido de sódio em lentilhas P.A. (NaOH).
- Bastão de vidro
- Frasco de polietileno

4.2 Padronização através de titulação com biftalato de potássio.

- Balança.
- Estufa simples
- Dessecador
- Água isenta de gás carbônico
- Solução alcoólica de fenoftaleína a 1%
- Bureta de 25 mL
- Erlenmeyer de 250 ml
- Suporte universal

5. PROCEDIMENTO

5.1 Preparo da solução

- 5.1.1 Dissolver aproximadamente a quantidade de NaOH P.A. usando os requisitos da Tabela 01, em aproximadamente 100 ml de água num béquer.

Aprovado por:

Controle da Qualidade


 Nutrimental	Numeração: PFQ 007	Emissão: MAI/05	Edição: 1ª	Página: 3 de 4
PROCEDIMENTO FÍSICO-QUÍMICO				
SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NAOH)				

TABELA 01 01 Quantidade de NaOH necessária para a preparação
De 1000 ml de solução.

Normalidade aproximada	g NaOH
0,01	0,45
0,10	4,50
0,5	22,5
1,00	45,00

5.1.2 Aguardar o seu resfriamento e transferir para um balão volumétrico de 1000 ml com o auxílio de um bastão de vidro. Lavar o béquer e o bastão de vidro com pequenas porções de água destilada, permitindo que as águas de lavagem caiam dentro do balão (esta operação é conhecida como transferência quantitativa).

5.1.3 Completar o volume do balão e homogeneizar.

5.1.4 Transferir a solução do balão volumétrico para um frasco de polietileno, onde deverá ser armazenada devido ao fato de que o hidróxido de sódio possui a propriedade de atacar o vidro. Rotular convenientemente

5.2 Padronização através de titulação com biftalato de potássio.

5.2.1 Pese a quantidade aproximada necessária, usando os valores da tabela 02, de biftalato de potássio $C_6H_4(CO_2H)(CO_2K)$, p.a., previamente seco em estufa a 105 °C, durante 1 hora e resfriado em dessecador.

5.2.2 Dissolva em 75 ml de água isenta de gás carbônico em erlenmeyer de 250 ml.

5.2.3 Junte 2 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1% e titule com a solução de hidróxido de sódio, até o aparecimento de coloração rósea persistente.


5.2.4 Repetir a titulação, achar a média aritmética dos volumes gastos e fazer os cálculos.

TABELA 02 Quantidade aproximada de $C_6H_4(CO_2H)(CO_2K)$ necessária para a
Titulação de 25 ml de base padrão.

Normalidade de base padrão	g $C_6H_4(CO_2H)(CO_2K)$
0,01	0,04080
0,10	0,4080
0,5	2,0422
1,00	4,0844

Aprovado por:

Controle da Qualidade

	Numeração:	Emissão:	Edição:	Página:
	PFQ 007	MAI/05	1ª	4 de 4

PROCEDIMENTO FÍSICO-QUÍMICO

SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NAOH)

Cálculo do fator de correção (f)

$$P / 0,2042 V \times N = f$$

P= peso em g de biftalato de potássio usado na titulação

V= volume em ml da solução de hidróxido de sódio gasto

N= normalidade da solução

0,2042= equivalente-grama do hidróxido de sódio

6. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS

Em solução: líquido incolor, transparente, levemente gorduroso, muito alcalino. Absorve a umidade e o CO₂ do ar, é deliquescente no estado sólido.

As soluções se apresentam mais ou menos viscosas, de acordo com a concentração.

7. VALIDADE

3 meses.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

Morita. Manual de Soluções, reagentes e solventes. 2ª Ed. – Edgard Blücher – 1972

http://www.qca.ibilce.unesp.br/prevencao/produtos/hidroxido_sodio.html - Hidróxido de sódio - URL acessada em 10/04/2004 às 20:10 hrs.

[geocities.yahoo.com.br/chemicalnet/ quantitativa/preparonaoh.htm](http://geocities.yahoo.com.br/chemicalnet/quantitativa/preparonaoh.htm) - Preparação de solução de Hidróxido de sódio – URL acessada em 10/04/2004 às 20:50 hrs.

<http://www.amonex.com.br/sodacaustica.htm> – Hidróxido de sódio – URL acessada em 10/04/2004 às 21:15 hrs.

Aprovado por:

Controle da Qualidade

ANEXO 02



	MÉTODO DE ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	CÓDIGO DE CONTROLE :	PÁGINA :
		MFQ-0045/01	3 de 4
TÍTULO UMIDADE			

TABELA DE UMIDADE

PRODUTO	QUANTIDADE (g)	TEMPERATURA (°C)	TEMPO (h)	ESTUFA (Simples/Vácuo)
Ácido Ascórbico	5	130	2	S
Ácido Cítrico/ Fumárico	5	105	2	S
Açúcar Refinado/Mascavo	20	105	3	S
Amido de Milho	2	130	2	S
Aromas	3	100	3	S
Arroz Desidratado	2	100	5	V
Arroz "in Natura"	2	130	2	S
Aveia Flocos	2	100	5	V
Banana Desidratada	3	105	7	S
Cacau em pó	2	100	2	S
Café Solúvel	3	70	16	V
Canjica Desidratada	2	100	5	V
Canjica "in Natura"	2	100	5	V
Carne Desidratada	4	105	3	S
Castanhas	2	100	6	V
Cereais/Grãos (Ervilha/Feijão)	2	100	5	V
Charque	4	105	3	S
Chips de Coco	2	100	5	V
Citrato de Sódio	5	180	18	S
Cobertura de Chocolate	5	100	3	V
Coco Ralado	2	100	5	V
Condimentos	5	70	6	V
Corantes	2	135	6	S
Corantes de Urucum Líquido	5	60	6	V
Crispies de Arroz	2	130	1	S
Cúrcuma Pó Hidrossolúvel	5	80	6	V
Dióxido de Silício (SiO ₂)	1	105	2	S
Extrato de Soja	5	105	3	S
Farelo	2	130	1	S
Farinha de Arroz	2	130	1	S
Farinha de Madioca	2	130	1	S
Farinha de Milho	2	130	1	S
Farinha de Milho Pré-gel	2	130	1	S
Farinha de Soja desengordurada	2	130	1	S
Farinha de Trigo	2	130	1	S
Farinha de Trigo Pré-gel	2	130	1	S
Farinha Láctea	2	130	1	S
Fécula de Mandioca	2	130	1	S
Feijão Desidratado	2	100	5	V
Fibra de Trigo	2	70	6	V
Fosfato Tricálcico	2	105	2	V
Gelatina (Matéria-prima)	2	100	6	V
Gelatina (Sobremesa)	2	70	2	V
Gergelim / Girassol	2	105	3	S


VIGÊNCIA	SUBSTITUI	DATA REVISÃO	ELABORADO POR :	APROVADO POR :	DATA DE EMISSÃO
Setembro / 1993	0045/93	Dezembro / 2001	Laboratório Físico-Químico	Controle da Qualidade	: 13/Dez/2000

	MÉTODO DE ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	CÓDIGO DE CONTROLE : MFQ-0045/01	PÁGINA : 4 de 4
UMIDADE			

Gérmen de Trigo	5	100	3	S
Goma Carragena	2	100	6	V
Gordura Vegetal	5	75	2	V
Lecitina	5	85	2	S
Leite Kerry Lac 100	3	102	2	S
Leite Kerry Lac 200	3	100	6	V
Leite em Pó Integral/Desnatado	3	102	2	S
Macarrão	2	130	1	S
Maltodextrina	2	130	2	S
Mel de Abelha	5	105	5	S
Milho "in Natura"	2	100	5	V
Nutrilon Arroz e Milho	2	130	1	S
Nutry	5	70	6	V
Ovo Desidratado	2	100	5	V
Pasta de Amendoim	3	105	4	S
Polpa de Tomate	5	80	6	V
Produto Acabado	2	105	2	S
PTS	5	130	2	S
Purê de Batata/Mandiquinha	2	70	6	V
Queijo Ralado	5	85	2,5	S
Refrescos	5	100	3	S
Sal Refinado	10	130	6	S
Soja "in Natura"	10	130	3	S
Soro de Leite	1	100	6	V
Turvante (TiO ₂)	2	105	3	S
Vegetais e Frutas desidratadas	5	70	6	V
Vegetais e Frutas "in Natura"	5	70	6	V

VIGÊNCIA Setembro / 1993	SUBSTITUI 0045/93	DATA REVISÃO Dezembro / 2001	ELABORADO POR : Laboratório Físico-Químico	APROVADO POR : Controle da Qualidade	DATA DE EMISSÃO 13/Dez/2000
---------------------------------	--------------------------	-------------------------------------	--	---	------------------------------------

ANEXO 03

	MÉTODO DE ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	CÓDIGO DE CONTROLE : MFQ-0037 CQ	PÁGINA : 2 de 2
TÍTULO CINZAS			

TABELA

Produto	Quantidade (g)	Temperatura (°C)	Tempo (h)
Ácido Ascórbico	2,0	800	2,0
Ácido Cítrico	4,0	800	2,0
Ácido Fumárico	2,0	800	2,0
Açúcares	5,0	600	2,0
Canela em Pó	2,0	600	4,0
Demais Produtos	2,0	600	2,0
Dióxido de Silício	1,0	900	2,0
Farinha de Soja	2,0	600	2,0
Farinha de Trigo	4,0	600	4,0
Fosfato Tricálcico	1,0	800	3,0
Produtos c/ Cacau	2,0	600	4,0
Soitex FF	3,0 – 5,0	600	2,0
Turvador (TiO ₂)	2,00	800	2,0

VIGÊNCIA	SUBSTITUI	DATA REVISÃO	ELABORADO POR :	APROVADO POR :	DATA DE EMISSÃO
Maio / 1992	0037/92	Dezembro / 2001	Laboratório Físico-Químico	Controle da Qualidade	: 13/Dez/2000